

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2000-290578  
(P2000-290578A)

(13)公開日 平成12年10月17日 (2000.10.17)

(51)Int CL'       国別記号  
 C 09 D 17/00      P I  
 B 02 C 17/20      C 09 D 17/00  
 C 09 B 67/40      B 02 C 17/20  
 67/46      C 09 B 67/40  
 67/46      67/46

4 D 063  
 4 J 037  
 B

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全4頁)

(20)出願番号      特願平11-97168  
 (22)出願日      平成11年4月5日 (1999.4.5)

(71)出願人 000222118  
 東洋インキ製造株式会社  
 東京都中央区京橋2丁目3番13号  
 (72)発明者 北村 健二  
 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ  
 ンキ製造株式会社内  
 (72)発明者 千葉 中  
 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ  
 ンキ製造株式会社内  
 Pターム(参考) 4D063 FF18 FF35 GA10  
 4J037 AAS0 CC16 DN24 PP28 PP29  
 HX43 EM44 FF15

## (54)【発明の名称】 水系顔料分散体の製造方法

## (57)【要約】

【課題】水系媒体に容易に分散する顔料組成物を大量の水や溶剤を使用せずかつ单一工程で製造する方法を提供する。

【解決手段】粗大粒子を含む顔料を水溶性樹脂の存在下で磨式粉碎する工程 (A) と、該工程 (A) で得られた顔料碎物に、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤を添加して水中に分散せしめる工程 (B) とからなる水性分散体の製造方法。

(2)

特開2000-290578

2

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粗大粒子を含む顔料を水溶性樹脂の存在下で乾式粉碎する工程 (A) と、該工程 (A) で得られた乾式粉碎物に、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤を添加して水中に分散せしめる工程 (B) とかなる水性分散体の製造方法。

【請求項2】 アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤が顔料に対して1~30重量%添加する請求項1記述の製造方法。

【請求項3】 水溶性樹脂がアルカリ可溶型樹脂である請求項1又は2記載の製造方法。

【請求項4】 請求項1ないし3いずれか記載の製造方法で得られた水系顔料分散体。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 従来、顔料の水系分散体を製造する方法としては、水系に適するように処理された顔料を、分散ワニスと混合後、サンドミル、ビーズミル等の分散機を使用して、膨大なエネルギーと時間を費やして分散させる方法が採用されていた。使用される顔料についても多くのエネルギーと時間を使い製品としての顔料に仕上げられていた。例えば、粗製顔料の湿式粉碎による顔料化工程では、粗製顔料を顔料化助剤の存在下でニーダー等の粉碎機に上り粉碎するため、粉碎のための消費エネルギーと時間、さらには顔料化助剤を顔料から分離精製するためのエネルギーと時間が必要であった。

【0002】 これらの問題を解決すべく、特明昭55-75453号公報には、粗製フクロシアニンを界面活性剤の存在下で乾式粉碎する方法が、特開平9-217019公報には、粗製顔料を乾式粉碎後、樹脂および有機溶剤と機械的に分散する方法が、特開平9-188846号公報には、粗製フクロシアニンを樹脂および有機液体と乾式粉碎する方法等が提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかししながら、上記方法をもってしても水系液体中に低い機械的エネルギーで分散する顔料細成物を経済的に製造するのは不十分であった。したがって、本発明は、水系液体に容易に分散する顔料組成物を大量の水や溶剤を使用せずかつ单一工程で製造する方法を提供する。

【0004】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明は、粗大粒子を含む顔料を水溶性樹脂の存在下で乾式粉碎する工程 (A) と、該工程 (A) で得られた乾式粉碎物に、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤を添加して水中に分散せしめる工程 (B) とかなる水性分散体の製造方法に関する。

【0005】 更に本発明は、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤が顔料に対して1~30重量%添加する上記の製造方法に関する。更に本発明は、水溶性樹脂が

アルカリ可溶型樹脂である上記製造方法に関する。更に本発明は、上記製造方法で得られた水系顔料分散体に関する。

【0006】

【発明の実施の形態】 本発明における顔料としては、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、ジオキサン系顔料などの結合多環系顔料、セノアゾ顔料、ジスアゾ顔料などのアゾ系が挙げられるが、これらのものに限定されない。乾式粉碎に供する顔料は、最終的な製品形態としての顔料として好ましくない粗大粒子を含む顔料であって、好ましくは、結合多環系の粗製顔料である。

【0007】 本発明における水溶性樹脂は、水系顔料分散体の樹脂成分またはペイント成分として通常使用される樹脂、又は、本発明の顔料組成物を用いたインキ墨細物中に添加される他の成分と相溶性のある樹脂であり得る。好ましく使用できる水溶性樹脂の例は、アクリル酸エチル重合体、アクリルースチレン共重合体、アクリル- $\alpha$ -メチルスチレン共重合体等のアクリル系樹脂である。これらのアクリル系樹脂は、アルカリ金属イオン、アミン、アンモニア等のアルカリ成分の存在下に水中に溶解することができる。乾式粉碎時に添加する水溶性樹脂はペレット状の形態であると取り扱いが容易であるため好ましい。

【0008】 本発明において乾式粉碎時に添加する水溶性樹脂の量は、顔料に対して2~50重量%、好ましくは、10~25重量%であり、上記数値より多いと乾式粉碎により得られた顔料組成物を用いた濃縮物中の樹脂比率が高くなり、水系分散体の用途が限定されたり、使用できなくなってしまう。また、乾式粉碎時に添加する水溶性樹脂はペレット状の形態であると取り扱いが容易であるため好ましい。

【0009】 本発明のアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤は、分子中にアセチレン基と水酸基を有する脂肪族化合物で、具体的には、2,4,7,9テトラメチル-5-デシ-4,7-ジオールもしくはこれのエチレンオキシド付加物が挙げられる。アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤とエーテル、グリニールとの混合物が使用上好ましい。

【0010】 本発明において乾式粉碎物を水中に分散せしめる工程において使用するアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の量は、顔料に対して1~20重量%、好ましくは、3~10重量%であり、上記より界面活性剤が多くなると水系顔料分散体の用途が限定される。また、界面活性剤の量が少なくなると、顔料組成物がビヒクル中に解離せず、特にフクロシアニン顔料を使用した場合、顔料が着色しなくなる。アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤とともに他の界面活性剤を併用してもよい。

【0011】 本発明の乾式粉碎は、ビーズ等の粉碎メディアを内蔵した粉碎機を使用し、水や溶剤により顔料を

(3)

特開2000-290578

3

凝聚させることなく、粉体の状態で粉碎物を粉碎するものである。粉碎装置としては、乾式アトライター、ボールミル、振動ミルなどを挙げることができるが、生産効率の点からアトライターが好ましい。

【0012】乾式粉碎の条件は、使用する装置により設定する必要があるが、粉碎温度は30~150°Cで行うことが好ましい。特に粉碎温度は使用する水溶性樹脂の軟化点より高くなると乾式装置内部での粉碎物の固着が生じる危険性が高くなる。そのため、使用する水溶性樹脂の軟化点よりなるべく低く設定する必要がある。粉碎時間は10分~6時間が好ましく、粉碎時間が短いと顔料中に粉碎が不十分な粒子が含まれるため好ましくなく、又、粉碎時間が長いと生産効率が悪くなるため好ましくない。

【0013】本発明の顔料組成物は、微細に粉碎された顔料の表面を樹脂が被覆した状態にあり、アルカリ存在下で水中に容易に解離し分散する。本発明の顔料組成物は、アルカリ存在下で水系顔料分散体用ビヒクルとを搅拌混合等の簡単な操作により水性顔料分散体とすることができます。

【0014】本発明で得られる顔料組成物に含まれる顔料分散粒子は、ソルベントソルトミリング法で得られた顔料粒子とはほぼ同じ粒子径となることができる。本発明の水系顔料分散体は、例えば、水性塗料、接着剤、水性インキ、インキジェット用インキ、カーフィルター用の分散液等として使用することができる。

【0015】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を具体的に説明する。なお、実施例中で標準顔料として使用しているのは、粗製顔料をソルベントソルトミリングにより顔料化したものであり、結晶型の測定にはX線回折装置を使用した。また粒子サイズと粒子形態は透過型電子顕微鏡で観察した。

【0016】

【実施例1】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンボリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物のα型結晶の含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部をアセテレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）1.0重量部と共に、樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用ステレンアクリルエマルジョン61重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は140%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

(4)

【0017】

【実施例2】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンボリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物のα型結晶含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部をアセテレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）1.0重量部と共に、樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用ステレンアクリルエマルジョン61重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は130%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【0018】

【実施例3】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンボリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物のα型結晶含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部をアセテレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）1.0重量部と共に、樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。得られた濃縮分散体に水性用ステレンアクリルエマルジョン61重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は110%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【0019】

【比較例1】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンボリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物のα型結晶含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用ステレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整したが、ほとんど発色していなかった。

【0020】

【比較例2】乾式アトライターで粗製銅フタロシアニンを90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料のα型結晶含有率は30%程度であった。次に、得られた顔料15重量部をアセテレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）1.0重量部と共に、水20

(4)

特許 2000-290578

6

重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン64重量部を加え最終インキに調整したが、ほとんど発色していなかった。

## 【0021】

【実施例4】乾式アトライターに粗製鋼フタロシアニン84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物の△型結晶の含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）2.0重量部と共に、樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液19重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用ヘチレンアクリルエマルジョン61重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は120%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

## 【0022】

【実施例5】乾式アトライターに粗製鋼フタロシアニン

84重量部とアクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製の「ジョンクリルJ-679」）16重量部を加え90°Cで20分間粉碎した。得られた顔料組成物の△型結晶の含有率は50%程度であった。次に、得られた顔料組成物18重量部をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）2.0重量部と共に、樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液19重量部に加え室温で穏やかに搅拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用ヘチレンアクリルエマルジョン61重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は150%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

## 【0023】

【発明の効果】本発明により得られた顔料は、一般的な顔料製造方法として採用されているソルベントソルトミーリング法から得られる顔料と比較して同等もしくはそれ以上の品質が得られ、より低成本で顔料を供給することが可能である。また、本発明の顔料組成物は、水中に簡単な操作で顔料を分散することができる。

## 【手続補正書】

【提出日】平成12年3月15日 (2000. 3. 1)

3)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項1

【補正方法】変更

## 【補正内容】

【請求項1】粗大粒子を含む顔料を水溶性樹脂の存在下で乾式粉碎する工程（A）と、該工程（A）で得られた乾式粉碎物に、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤を添加して水中に分散せしめる工程（B）とかなる水系顔料分散体の製造方法。

## 【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水系媒体中に低い機械的エネルギーで分散させることのできる水系顔料分散体の製造方法に関する。

【従来の技術】従来、顔料の水系分散体を製造する方法

としては、水系に適するように処理された顔料を、分散ワニスと混合後、サンドミル、ビーズミル等の分散機を使用して、膨大なエネルギーと時間を費やして分散させる方法が採用されていた。使用される顔料について多くのエネルギーと時間を使い製品としての顔料に仕上げられていた。例えは、粗製顔料の湿式粉碎による顔料化工程では、粗製顔料を顔料化助剤の存在下でニーダー等の粉碎機により粉碎するため、粉碎のための混沌エネルギーと時間、さらに顔料化助剤を顔料から分離精製するためのエネルギーと時間が必要であった。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

## 【補正内容】

## 【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、粗大粒子を含む顔料を水溶性樹脂の存在下で乾式粉碎する工程（A）と、該工程（A）で得られた乾式粉碎物に、アセチレン基を含有するノニオン系界面活性剤を添加して水中に分散せしめる工程（B）とかなる水系顔料分散体の製造方法に関する。